

AN - 1994-165747 [20]
XA - C1994-076106
TI - Mono:chloroacetic acid prodn. - by chlorination of acetic acid with
acetic anhydride in a cascade, feeding acetic acid at the top and the
chlorine at the bottom
DC - E17
PA - (SAMA=) SAMARA POLY
IN - BYKOV DE; ROZHNOV AM; SHARONOV KG
NP - 1
NC - 1
PN - SU1801963m A1 19930315 DW1994-20 C07C-053/16 3p *
AP: 1990SU-4885897 19901128
PR - 1990SU-4885897 19901128
IC - C07C-053/16 C07C-051/363
AB - SU1801963 A
Monochloroacetic acid is prepd. by chlorination of acetic acid with
acetic anhydride in a cascade of counterflow reactors at a temp. of
85-110 deg.C by feeding the acetic acid at the top and chlorine at the
bottom through a bubbler. A yield of 82.9-93.3% and a selectivity of
88.5-88.9% can be obtd.
- ADVANTAGE - Increased yield, improved selectivity and simplified
process.
- In an example, using a continuous laboratory set-up comprising two
reactors at 97.5 deg.C, chlorine was introduced through a bubbler at
the base of the second column at 17.8 g/hr. Acetic acid and acetic
anhydride (93%/7%) were fed into both reactors from the top. The
removal of prod. was through a water seal at the base of the reactor.
During 8 hrs. 24.3 g/hr. of chlorinated prod. were obtd. after the
second reactor. The compsn. was monochloroacetic acid wt.%,
dichloroacetic acid 2.5 wt.% and acetic acid 4.1 wt.%. Conversion was
93.7%, selectivity 88.9% and yield 83.3%. (Dwg.0/0)
MC - CPI: E10-C04J2
UP - 1994-20



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1801963 A1

(51) С 07 С 53/16, 51/363

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО СССР
(ГОСПАТЕНТ СССР)

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 4885897/04

(22) 28.11.90

(46) 15.03.93. Бюл. № 10

(71) Самарский политехнический институт
им. В.В. Куйбышева

(72) К.Г. Шаронов, А.М. Рожнов, Д.Е. Быков,

В.Е. Соляников, В.А. Гришин и В.А. Фомин

(56) Технологический регламент действующего производства монохлоруксусной кислоты. Чапаевск, завод хим. удобрений, 1989.

Патент США № 4281184,

кл. С 07 С 51/363, опублик. 1981.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МОНОХЛОРУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

(57) Использование: в качестве полупродукта органического синтеза. Сущность изобретения: продукт монохлоруксусная кислота БФ $C_2H_3ClO_2$. Выход 82,9–83,3%. Селективность 88,5–88,9%. Уксусную кислоту хлорируют в жидкой фазе при 85–110°C в присутствии уксусного ангидрида в каскаде реакторов. Хлор подают противотоком движению хлормассы в реакторах. Подачу жидких продуктов в реакторе ведут сверху, а газообразных – через барботер снизу. 1 з.п. ф-лы. 1 табл.

Изобретение относится к технологии получения монохлоруксусной кислоты, являющейся полупродуктом органического синтеза в производстве гербицидов группы феноксуксусных кислот и фармацевтических препаратов.

Цель изобретения – увеличение выхода и селективности и упрощение процесса.

Уксусную кислоту хлорируют в присутствии уксусного ангидрида в каскаде реакторов в жидкой фазе при 85–110°C. Подачу хлора осуществляют противотоком к движению хлормассы в реакторах; предпочтительно подачу жидких продуктов в реактор осуществляют сверху, газообразных – снизу через барботер.

Пример 1 (сравнительный по типу, прямоточная подача хлора и хлормассы).

Хлорирование уксусной кислоты (УК) проводят на непрерывной лабораторной установке в двух последовательно соединен-

ных реакторах при температуре 97,5°C. Подачу хлора осуществляют через барботер прямотоком движению массы. Исходную смесь УК и уксусного ангидрида (УА) в массовом соотношении 93% и 7% подают в верхнюю часть насадочного адсорбера со скоростью подачи 16 г/ч. Подачу хлора осуществляют по минимальному проскоку его из системы и составляет $18 \pm 0,2$ г/час. Через 8 часов после выхода установки на стационарный режим получают после 11 реактора 24,3 г/ч хлормассы состава, мас. %: монохлоруксусная кислота (МХУК) 91,7; дихлоруксусная кислота (ДХУК) 4,1. Конверсия исходных продуктов 93,7%. Выход МХУК 81,5%. Содержание ДХУК в хлормассе 4,1 мас. %.

Расчет конверсии и выхода МХУК:

$$\text{Подано УК: } \frac{14,88}{60} + \frac{1,12 \cdot 120}{102 \cdot 60} = \\ = 0,248 + 0,022 = 0,27 \text{ моль/ч.}$$

(19) SU (11) 1801963 A1

Получено, г:
МХУК 22,28 (0,235 моля)
ДХУК 1,00
УК 1,02 (0,017 моля)
Конверсия

$$\frac{0,27 - 0,017}{0,27} = 93,7\%$$

Селективность процесса $0,235/0,270 = 87,0\%$.

Выход МХУК $0,87 \cdot 0,937 = 81,5\%$.

Пример 2 (по средним значениям предложенного способа).

Хлорирование уксусной кислоты проводят в условиях примера 1 при температуре $97,5^\circ\text{C}$. Подачу хлора проводят по минимальному проскоку путем противотока через барботер, расположенный в нижней части II реактора. Жидкие продукты: УК и УА или хлормасса поступают в первый и второй реакторы сверху. Скорость подачи хлора $17,8 \pm 0,2$ г/ч. Отбор продуктов осуществляют из нижней части реактора через гидрозатвор. Через 8 ч после выхода установки на стационарный режим получают после II реактора 24,3 г/ч хлормассы состава, мас. %: МХУК 93,4; ДХУК 2,5; УК 4,1.

$$\text{Конверсия} \frac{0,27 - 0,0165}{0,27} = 93,7\%$$

$$\text{Селективность} \frac{0,24}{0,27} = 88,9\%$$

Выход $0,889 \cdot 0,937 = 83,3\%$.

Пример 3 (по граничным значениям предложенного способа).

Хлорирование УК проводят с использованием противоточной схемы подачи хлора по примеру 2. Подачу смеси УК и УА в массовом соотношении 93% и 7% осуществляют со скоростью 16 г/ч. Температура

хлорирования 110°C . Подача хлора $17,8 \pm 0,2$ г/ч. Через 8 ч хлорирования получают после II реактора 24,3 г/ч хлормассы состава, мас. %: МХУК 93,4; ДХУК 2,6; УК 4,0. Конверсия 94,0%. Селективность 88,9%. Выход МХУК 83,5%.

Пример 4 (по граничным значениям предложенного способа).

Хлорирование УК проводят по примеру 2 при температуре $85,0^\circ\text{C}$. Через 9,5 ч хлорирования получают после II реактора 24,3 г/ч хлормассы состава, мас. %: МХУК 93,2; ДХУК 2,6; УК 4,2. Конверсия 93,7%. Селективность 88,5%. Выход МХУК 82,9%.

Пример 5 (сравнительный, подача жидких и газообразных продуктов снизу).

Хлорирование УК проводят по примеру 2 с противоточным движением хлора и хлормассы. Подачу жидких и газообразных продуктов осуществляли снизу реактора. Подача хлора $17,9 \pm 0,2$ г/ч. Через 8 часов получают 24,3 г/ч хлормассы состава, мас. %: МХУК 92,6; ДХУК 3,0; УК 4,4. Конверсия исходных продуктов 93,4%. Селективность 88,15%. Выход 82,19%.

Результаты примеров сведены в таблицу.

Формула изобретения

1. Способ получения монохлоруксусной кислоты хлорированием уксусной кислоты в жидкой фазе при температуре $85-110^\circ\text{C}$ в присутствии уксусного ангидрида в каскаде реакторов с использованием абсорбции абгазов исходными реагентами, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода, селективности и упрощения процесса, подачу хлора осуществляют противотоком к движению хлормассы в реакторах.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что подачу жидких продуктов в реакторы осуществляют сверху, а газообразных — через барботер снизу.

Условия и результаты хлорирования уксусной кислоты

Характеристика	Показатель по примеру				
	1	2	3	4	5
Температура, $^\circ\text{C}$	97,5	97,5	110	85	97,5
Время, ч	8	8	8	9,5	8
Движение потоков	Прямоток (прототип)	Противоток (ср. значения)	Противоток (граничн.)	Противоток (граничн.)	Противоток подача реагентов снизу реактора (сравнительн.)

Характеристика	Показатель по примеру				
	1	2	3	4	5
Селективность, %	87,0	88,9	88,9	88,5	88,1
Конверсия, %	93,7	93,7	94,0	93,7	93,4
Выход, %	81,5	83,3	83,6	82,9	82,2
Содержание ДХУК, мас. %	4,1	2,5	2,6	2,6	3,0

Редактор

Составитель К.Шаронов
Техред М.Моргентал

Корректор А.Мотиль

Заказ 829

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5.

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул.Гагарина, 101